

オカダ酸群 Okadaic acids

下痢性貝毒(Diarrhetic Shellfish Poison: DSP)の原因物質は、オカダ酸(OA)と関連物質のジノフィストキシン(DTX)で、日本では規制値が設定されている自然毒です。2016年3月食安基発0306第4号及び食安監発0306第2号で機器分析法(LC/MS/MS)が導入されました。ここでは、通知法の溶離液条件(Fig. 1)で、カラムには *L-column3 C18* を用いて分析しました。*L-column3 C18* は、アルカリ性溶離液でも使用できるので、アンモニア溶液を用いた溶離液条件(Fig. 2)でも分析をしました。

キーワード : C18, ODS, オクタデシルシリル化シリカゲル, 貝毒, オカダ酸
Key words : Octadecyl silanized silica gel, Marintoxin, Okadaic acid
Column : *L-column3 C18* (USP category: L1)

[Analytical conditions]

Column : *L-column3 C18* (C18, 3 μm , 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.; Cat. No. 811020
Eluent : Fig. 1: A: $\text{CH}_3\text{CN}/2 \text{ mM HCOONH}_4+50 \text{ mM HCOOH}$ in H_2O (95/5); B: $2 \text{ mM HCOONH}_4+50 \text{ mM HCOOH}$ in H_2O
Fig. 2: A: $\text{CH}_3\text{CN}/5 \text{ mM NH}_3$ in H_2O (95/5); B: 5 mM NH_3 in H_2O
A/B, 40/60-40/60-100/0-100/0 (0-2.5-7.5-12.5 min)
Flow rate : 0.2 mL/min
Temperature : 40 $^\circ\text{C}$
Detection : ESI-MS/MS(-)
Injection volume : 5 μL
System : MS/MS: 3200 Q TRAP (SCIEX)
Sample :

| | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Conc. | Q1 | Q3 |
|------------------------------|----------------|------------------|------------------|------------------|--------------------|-------|-------|
| 1. Okadaic acid (OA) | -H | -CH ₃ | -H | -H | 38 $\mu\text{g/L}$ | 803.7 | 255.0 |
| 2. Dinophysistoxin-2 (DTX-2) | -H | -H | -H | -CH ₃ | 84 $\mu\text{g/L}$ | 803.7 | 255.0 |
| 3. Dinophysistoxin-1 (DTX-1) | -H | -CH ₃ | -CH ₃ | -H | 85 $\mu\text{g/L}$ | 817.6 | 255.1 |

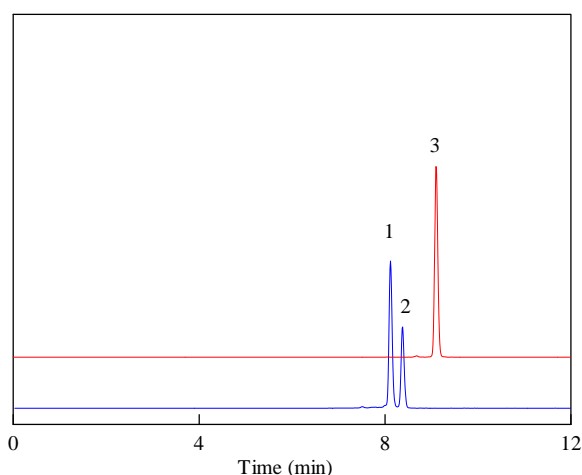
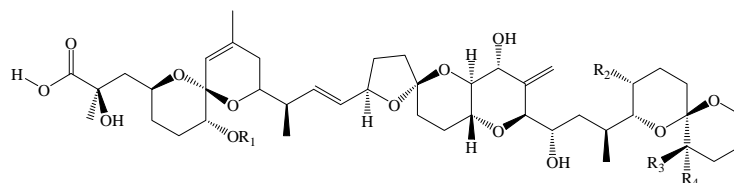


Fig. 1 Mass chromatogram of Okadaic acids.
(Official method)

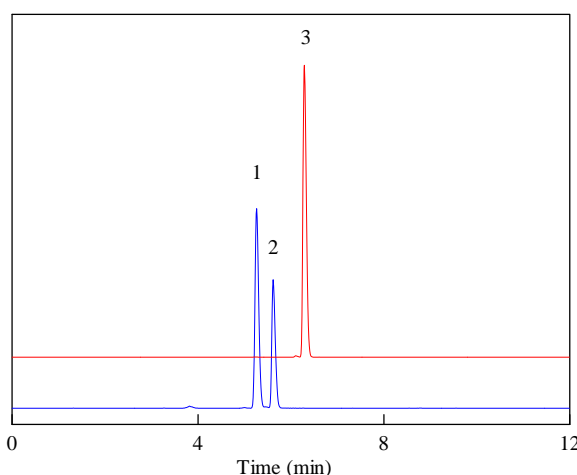


Fig. 2 Mass chromatogram of Okadaic acids.
(Alkaline solution)

アンモニア溶液を用いた溶離液条件は、通知法と比較して感度と分離度が向上しました。

(第113回日本食品衛生学会学術講演会2017)ポスター発表